

10/531706

JC13 Re PCT/PTO 18 APR 2009

DOCKET NO.: 268436US0X PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Christoph BATZ-SOHN, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/12877

INTERNATIONAL FILING DATE: November 18, 2003

FOR: DISPERSION, COATING SLIP AND ABSORPTIVE MEDIUM

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313


Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Germany	102 56 267.9	03 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/12877. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

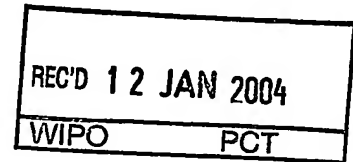
BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Rec'd PCT/PTO 18 APR 2005

10/531706

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 56 267.9

Anmeldetag: 03. Dezember 2002

Anmelder/Inhaber: Degussa AG, Düsseldorf/DE

Bezeichnung: Dispersion, Streichfarbe und Aufnahmemedium

IPC: C 09 D, G 03 F

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 4. Juni 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Weihmayer

Dispersion, Streichfarbe und Aufnahmemedium

Gegenstand der Erfindung ist eine wässrige Dispersion, welche ein Siliciumdioxidpulver und ein weiteres Metalloxid- oder Metalloidoxidpulver enthält. Gegenstand
5 der Erfindung ist ferner eine Streichfarbe ausgehend von dieser Dispersion und ein tintenaufnehmendes Medium.

Oberflächen von Aufnahmeträgern können mit Streichfarben beschichtet werden um ihre Druckeigenschaften zu verbessern. Von besonderer Bedeutung sind zum Beispiel
10 Adsorption, Trockenzeiten und Haftung der Tinte, sowie der Glanz des Aufnahmemediums. Insbesondere für fotoartige Materialien stellen Glanz und hohe Tintenaufnahmefähigkeit wesentliche Merkmale dar.

Die Streichfarbe zur Erzeugung eines glänzenden
15 Aufnahmeträgers umfasst in der Regel eine wässrige Dispersion von Pigmenten, wie hydratisiertes Aluminiumhydroxid, Aluminiumoxid, Siliciumdioxid (Silica), Titandioxid und Bindemittel, wie zum Beispiel Polyvinylalkohol, wobei die Pigmente in Form von Pulvern
20 oder als Dispersion von Pulvern eingebracht werden.

Beschichtungen von hohem Glanz können zum Beispiel durch Silica-Feinteilchen erzielt werden. Nachteilig ist die oft geringe Stabilität und die hohe Viskosität, der für die Streichfarben verwendeten Dispersionen. So muss die
25 Dispersion oft unmittelbar vor ihrer Weiterverarbeitung zur Streichfarbe hergestellt werden. Höher gefüllte Dispersionen lassen sich aufgrund der erhöhten Viskosität nur schwierig verarbeiten.

Der Füllgrad der Streichfarbe ist ein wichtiger Parameter
30 für die Qualität des damit hergestellten Aufnahmemediums und die Wirtschaftlichkeit des Prozesses. Bei einer Streichfarbe mit hohem Füllgrad ist zur Erzielung eines bestimmten Auftragsgewichtes weniger Streichfarbe nötig als

bei Streichfarben mit niedrigem Füllgrad. Hinzu kommt, dass bei hohem Füllgrad weniger Wasser verdampft werden muss und dadurch eine raschere Trocknung erfolgt. Damit ist der Prozess gegenüber einer Streichfarbe mit niedrigem Füllgrad wirtschaftlicher durchzuführen.

Ein hoher Glanz und ein gutes Tintenaufnahmevermögen kann auch verfahrenstechnisch erzielt werden, wenn die Streichfarbe mittels Gussstrichverfahren (Cast-Coating) aufgetragen wird. Dieses Verfahren ist jedoch relativ langsam und kostenintensiv.

In DE-A-100 35 054 werden kationisierte Silica-Feinteilchen mit einem Primärteilchendurchmesser von 50 nm oder weniger in einer wässrigen Dispersion eingesetzt um eine Streichfarbe herzustellen, die zu einem Aufnahmemedium von hohem Glanz sowie guter Tintenaufnahmefähigkeit führt.

In US 6,284,819 wird eine Streichfarbe mit einer bestimmten Viskosität beschrieben, die aus einer wässrigen Dispersion von zwei in ihrer Art und ihrer Größe unterschiedlichen Partikeln erhalten wird. Die erste Pulverart umfasst Metalloxidpartikel wie zum Beispiel Silica, kationisiertes Silica oder Aluminiumoxid. Die erste Pulverart umfasst Aggregate von kleineren Primärteilchen, mit einer mittleren Primärteilchengröße von weniger als 100 nm und einer mittleren Aggregatgröße von 100 bis 500 nm. Ferner gilt, dass der mittlere Aggregatdurchmesser der Partikel der zweiten Pulverart mindestens um die Hälfte kleiner ist als der mittlere Aggregatdurchmesser der ersten Pulverart. Die zweite Pulverart umfasst Metalloxide und synthetische Polymere. Das Gewichtsverhältnis der Partikel von erster zu zweiter Pulverart liegt zwischen 9 und 91 Gew.-%. Mit der so definierten Streichfarbe kann ein Aufnahmemedium mit hohem Glanz und gutem Tintenaufnahmevermögen hergestellt werden. Dabei soll die erste Pulverart der Partikel für die Absorption von Flüssigkeit verantwortlich sein. Die kleineren Aggregate der zweiten Pulverart sollen Hohlräume

ausfüllen. Insgesamt wird die Packungsdichte der Beschichtung erhöht. Wesentliches Merkmal ist, dass der mittlere Aggregatdurchmesser der Partikel der zweiten Pulverart mindestens um die Hälfte kleiner ist als der mittlere Aggregatdurchmesser der ersten Pulverart. Wie in den Ausführungsbeispielen gezeigt, wird die Streichfarbe erhalten, indem zu einer physikalischen Mischung von zwei wässrigen Dispersionen, eine Dispersion enthaltend die Partikel der ersten Pulverart, eine Dispersion enthaltend die Partikel der zweiten Pulverart, ein Bindemittel, wie zum Beispiel Polyvinylalkohol, gegeben wird. Offenbart in US 6,284,819 sind alle Kombinationen von Metalloxidpartikeln, unabhängig von ihrer spezifischen Oberflächenladung, bei einem gegebenen pH-Wert der Dispersion. Dies führt gegebenenfalls zu Dispersionen, die nicht stabil sind, rasch zum Gelieren neigen, und daher nur bedingt zur Herstellung einer Streichfarbe taugen.

Die Beispiele zeigen, dass ein hohes Interesse an Streichfarben und mit ihnen hergestellten Aufnahmemedien mit hohem Glanz, gutem Tintenaufnahmevermögen und raschen Trocknungszeiten besteht. Besondere Bedeutung kommt dabei den Dispersionen zu, die als Ausgangsmaterial für die Streichfarben dienen.

Die Aufgabe der Erfindung ist es daher eine Dispersion mit hohem Füllgrad und niedriger Viskosität bereitzustellen, die es erlaubt eine Streichfarbe herzustellen, die, wenn auf einen Aufnahmeträger aufgebracht, ein Aufnahmemedium ergibt, welches hohen Glanz, gutes Tintenaufnahmevermögen und ein gutes Trocknungsverhalten zeigt.

Gegenstand der Erfindung ist eine stabile, wässrige Dispersion enthaltend Pulver A und B,

5 - wobei das Pulver A ein amorphes Siliciumdioxidpulver mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 0,05 bis 0,7 μm , einer BET-Oberfläche von 5 bis 50 m^2/g ist, und

10 - wobei das Pulver B ein Metalloxid- oder Metalloidoxidpulver, welches aus Aggregaten von verwachsenen Primärpartikeln besteht, eine Primärpartikelgröße von 5 bis 50 nm, eine BET-Oberfläche von 50 bis 400 m^2/g aufweist, und

15 - wobei die Pulver A und B bei gegebenem pH-Wert der Dispersion das gleiche Vorzeichen der Oberflächenladung aufweisen, und wobei die Pulver A und B ein Zeta-Potential haben, das eine elektrostatische Abstoßung der Teilchen bewirkt, welche größer ist als die van-der-Waals Anziehung der Pulver, und wobei sich in der Dispersion der mittlere Partikeldurchmesser des Pulvers der Gruppe A 60 bis 20 166 % der Aggregate des Pulvers der Gruppe B beträgt und

 - wobei der Anteil des Pulvers A, bezogen auf die Summe von Pulver A und B, wenigstens 5 Gew.-% beträgt.

25 Unter den Primärteilchen dieser Pulver sind die kleinsten, offensichtlich nicht weiter zerlegbaren Partikel im hochauflösenden TEM-Bildern zu verstehen. Mehrere Primärteilchen können sich an ihren Kontaktstellen zu Aggregaten zusammenlagern. Diese Aggregate sind durch 30 Dispergiervorrichtungen entweder nur schlecht oder gar nicht mehr aufzulösen. Mehrere Aggregate können sich lose zu Agglomeraten zusammenfügen, wobei dieser Vorgang durch geeignete Dispergierung wieder rückgängig gemacht werden kann.

Unter dem mittleren Aggregatdurchmesser ist der Äquivalentkugeldurchmesser, angegeben als volumengewichteter Median-Wert der Peakanalyse, zu verstehen. Er wird für die in der Dispersion verwendeten
5 Pulver durch dynamische Lichtstreuung, zum Beispiel mit einem Gerät des Types Malvern Zetasizer 3000 HSA, bestimmt. Wenn die Unterschiede der Aggregatdurchmesser der Pulver A und B in einer Dispersion zwischen 60% und 166% liegen, wird mit dieser Methode eine monomodale Verteilung
10 gemessen. Das heißt die mittleren Aggregatdurchmesser der Pulver A und B werden gleich groß bestimmt, wenn der Unterschied in ihren Durchmessern zwischen 60 % und 166 % liegt. Unterscheiden sich die mittleren Aggregatdurchmesser von zwei Pulvern in einer Dispersion um mehr als 60% oder
15 mehr als 166 %, jeweils getrennt bestimmt, dann weist die Lichtstreuung eine bimodale Verteilung des Pulvergemisches aus. Diese Verteilung liegt außerhalb des beanspruchten Bereiches.

Unter stabil ist zu verstehen, dass die Dispersion über
20 einen Zeitraum von wenigstens einem Monat sich nicht absetzt und keinen Bodenkörper bildet. Dies bedeutet auch, dass die Dispersion transportiert werden kann und nicht unmittelbar vor der Anwendung erzeugt werden muss.

Unter wässrig ist zu verstehen, dass der Hauptbestandteil
25 der flüssigen Phase Wasser ist.

Zum Erzielen einer stabilen Dispersion ist es wichtig, dass die in der Dispersion vorliegenden Partikel das gleiche Zeichen der Oberflächenladung aufweisen. Partikel mit dem gleichen Vorzeichen der Oberflächenladung werden sich
30 abstoßen. Wenn das Zeta-Potential ausreichend hoch ist, kann die abstoßende Kraft die van der Waals-Anziehung der Pulverpartikel überwinden und es kommt nicht zu einer Flockung oder Sedimentation der Partikel. Das Zeta-Potential ist ein Maß für die Oberflächenladung der
35 Partikel. Es ist das Potential an der Scherebene innerhalb

der elektrochemischen Doppelschicht Metalloxid- und/oder Metalloidoxidpartikel/Elektrolyt in der Dispersion. Das Zeta-Potential hängt u.a. von der Art des Partikels ab, zum Beispiel Siliciumdioxid, kationisiertes Siliciumdioxid oder Aluminiumoxid ab. Eine wichtige Größe im Zusammenhang mit dem Zeta-Potential ist der isoelektrische Punkt (IEP) für einen Partikel. Der IEP gibt den pH-Wert an, bei dem das Zeta-Potential Null ist. Der IEP liegt bei Aluminiumoxid oder kationisiertem Siliciumdioxid bei einem pH von ca. 9 bis 10, bei Siliciumdioxid bei unterhalb von pH 3,8.

Die Ladungsdichte an der Oberfläche kann beeinflusst werden durch Veränderung der Konzentration der potentialbestimmenden Ionen im umgebenden Elektrolyten. In denjenigen Dispersionen, in denen die Partikel saure oder basische Zentren auf der Oberfläche tragen, kann die Ladung durch Einstellen des pH-Wertes geändert werden. Je größer der Unterschied zwischen pH-Wert und IEP, desto stabiler ist die Dispersion.

Das Zeta-Potential kann beispielsweise bestimmt werden durch Messung des kolloidalen Vibrationsstroms (CVI) der Dispersion oder durch Bestimmung der elektrophoretischen Mobilität.

Die mittleren Primärteilchendurchmesser der Pulver A und B können sich in einer bevorzugten Ausführungsform mindestens um den Faktor 2, in einer besonderen Ausführungsform mindestens um den Faktor 2,5, unterscheiden.

Der mittlere Aggregatdurchmesser des Pulvers B kann in einer besonderen Ausführungsform 80 bis 125 % der Größe des Pulvers A oder umgekehrt aufweisen. Besonders bevorzugt ist ein annähernd gleich großer Aggregatdurchmesser der Pulver A und B.

Der Gesamtfeststoffgehalt der Dispersion kann über weite Grenzen variiert werden. Der Feststoffgehalt der Pulver A

und B in der erfindungsgemäßen Dispersion kann vorteilhafterweise zwischen 20 und 80 Gew.-% liegen.

In einer vorteilhaften Ausführungsform kann die Viskosität der erfindungsgemäßen Dispersion unterhalb eines Wertes von 1500 mPas bei einer Scherrate von 12 s^{-1} und einer Temperatur von 23°C liegen. Besonders bevorzugt können Werte von kleiner als 1000 mPas bei einer Schergeschwindigkeit von 12 s^{-1} und einer Temperatur von 23°C sein.

10 Die Herkunft des Siliciumdioxides des Pulvers A ist nicht beschränkt. So können gemahlene Kieselgele, beispielsweise solche, die unter der Bezeichnung Sylojet® oder Syloid® von der Firma Grace vertrieben werden, eingesetzt werden.

Bevorzugt kann jedoch pyrogen hergestelltes Siliciumdioxidpulver eingesetzt werden.

Unter pyrogen im Sinne der Erfindung ist die Oxidation von Silicium zu verstehen, wie sie zum Beispiel in CA2166844 beschrieben ist. Siliciumdioxidpulver dieser Art wird beispielsweise unter der Bezeichnung Microsilica® von der Firma Elkem vertrieben.

Unter pyrogen im Sinne der Erfindung ist weiterhin die Hydrolyse von Silicium- und Aluminiumverbindungen bzw. Silicium- und Titanverbindungen in der Gasphase in einer Flamme, erzeugt durch die Reaktion von Wasserstoff und Sauerstoff, zu verstehen. Besonders bevorzugt kann das pyrogen hergestellte Siliciumdioxid des Pulvers A eine BET-Oberfläche von 5 bis $30 \text{ m}^2/\text{g}$ und einen Dispersionskoeffizienten Z von weniger als 40 aufweisen, wobei $Z = Y/2X$, mit X = Medianwert der Partikelgrößenverteilung, Y = Spanne der Partikelgrößenverteilung, bezogen auf 10 bis 90 % der kumulativen Partikelgröße, ist. Pulver A wird hergestellt wie in der japanischen Offenlegungsschrift JP2002-003213

vom 09. Januar 2002 beschrieben. Die dort beschriebenen Pulver weisen Partikel mit nahezu perfekter sphärischer Gestalt auf. Figur 1 zeigt die Häufigkeit der Partikelgrößen (in %) eines Pulvers mit 10 m²/g (I) und 30 m²/g (II) spezifischer Oberfläche in Abhängigkeit von der Partikelgröße (in µm).

Die mittlere Aggregatgröße des Pulvers B kann bevorzugt Werte zwischen 50 und 500 nm annehmen.

Pulver B der Erfindung umfasst die Metall- und/oder Metalloxidpulver Siliciumdioxid, Aluminiumoxid, Titandioxid, Ceroxid und Zirkonoxid. Die Oberflächen dieser Pulver weisen saure oder basische Zentren auf. Die Herkunft der Metall- und Metalloiddioxide ist nicht beschränkt. Bevorzugt können pyrogen hergestellte Metall- und Metalloiddioxide für die erfindungsgemäße Dispersion eingesetzt werden. Besonders bevorzugt sind pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid und Aluminiumoxid. Die BET-Oberfläche der Pulver liegt zwischen 5 und 600 m²/g.

In einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung kann Pulver B ein Mischoxidpulver sein. Als Mischoxidpulver können Pulver von wenigstens zwei Oxiden aus der Gruppe umfassend Siliciumdioxid, Aluminiumoxid, Titandioxid, Ceroxid oder Zirkonoxid, eingesetzt werden.

Unter Mischoxid ist die innige Vermischung der Oxidpulver auf atomarer Ebene unter Bildung von gemischten Sauerstoff-Metall/Metalloid-Bindungen, wie zum Beispiel Si-O-Al oder Si-O-Ti zu verstehen. Daneben können die Primärteilchen auch Bereiche aufweisen, in denen die Oxidpulver nebeneinander vorliegen, zum Beispiel Bereiche von Siliciumdioxid neben Aluminiumoxid.

Bevorzugt können pyrogen hergestellte Mischoxidpulver eingesetzt werden. Hierbei werden die Vorläufersubstanzen der Mischoxide, getrennt oder gemeinsam, in einen Brenner

überführt und dort in einer Flamme verbrannt, und die entstandenen Mischoxidpulver abgetrennt. Die Herstellung dieser Pulver ist zum Beispiel in EP-A-585 544, DE-A-199 19 635 (beide $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Mischoxide) oder DE-A-4235996 ($\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ -Mischoxid), beschrieben.

Die Erfindung umfasst auch dotierte Metall- oder Metalloidoxide, die nach der in DE-A-196 50 500 beschriebenen Methode hergestellt sind. Insbesondere das in DE-A-198 47 161 beschriebene Silicium-Aluminium-Mischoxid.

Die Erfindung umfasst ebenfalls Pulver mit einem Metall- oder Metalloidoxid als Kern, der vollständig oder teilweise mit einem davon verschiedenen Metall- oder Metalloidoxid umhüllt ist. Die Hülle kann in einem flüssigen Medium oder mittels eines Abscheidverfahrens aus einer dampfförmigen Vorstufe des Metall- oder Metalloidoxides aufgetragen werden.

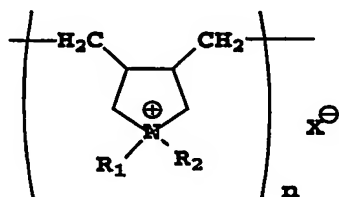
Die Pulver A und B können auch in kationisierter Form eingesetzt werden. Dies kann durch Behandlung der Pulver mit einem kationischen, im Dispersionsmedium löslichen Polymer erfolgen. Bevorzugt kann ein Polymer mit einer massengemittelten Molmasse von weniger als 100 000 g/mol eingesetzt werden. Besonders bevorzugt ist der Bereich zwischen 2000 und 50000 g/mol.

Kationische Polymere können Polymere mit mindestens einer quaternären Ammoniumgruppe, Phosphoniumgruppe, einem Säureaddukt einer primären, sekundären oder tertiären Amingruppe, Polyethylenimine, Polydiallylamine oder Polyallylamine, Polyvinylamine, Dicyandiamidkondensate, Dicyandiamid-Polyamin-Cokondensate oder Polyamid-Formaldehyd-Kondensate sein.

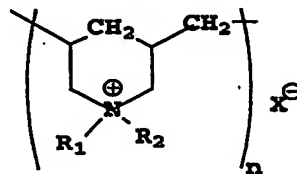
Bevorzugt können solche ausgehend von einer Diallyllammoniumverbindung sein, besonders bevorzugt solche ausgehend von einer Dialkyldiallylverbindung, die durch eine radikalische Cyclisierungsreaktion von

Diallylaminverbindungen erhalten werden können und die Struktur 1 oder 2 aufweisen. Die Strukturen 3 und 4 stellen Copolymere ausgehend von Dialkyldiallylverbindungen dar.

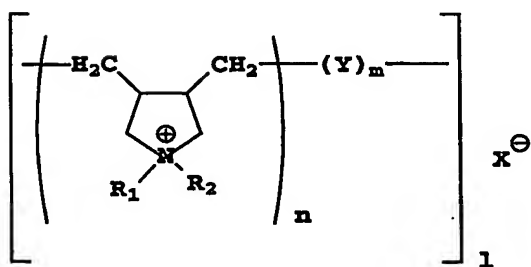
- 5 Dabei stellen R_1 und R_2 ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 C-Atomen, Methyl-, eine Ethyl-, eine n-Propyl, eine iso-Propyl, eine n-Butyl-, eine iso-Butyl oder eine tert.-Butylgruppe, wobei R_1 und R_2 gleich oder verschieden sein können. Ein Wasserstoffatom der Alkylgruppe kann ferner durch eine Hydroxygruppe
- 10 substituiert sein. Y stellt eine radikalpolymerisierbare Monomereinheit, wie zum Beispiel Sulfonyl, Acrylamid, Methacrylamid, Acrylsäure, Methacrylsäure dar. X^- stellt ein Anion dar.



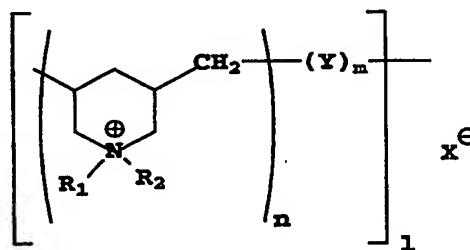
1



2



3



4

- 15 Exemplarisch sei genannt eine Poly(diallyldimethylammoniumchlorid)-Lösung (PDADMAC-Lösung in Wasser).

Der Gehalt an kationischem Polymer kann zwischen 0,1 und 15, bevorzugt zwischen 0,5 und 10, besonders bevorzugt

zwischen 0,8 und 5 Gew.-%, bezogen auf die Menge aus kationischem Polymer und Pulver A und/oder B, betragen.

Die erfindungsgemäße Dispersion kann ferner Substanzen zur pH-Wert-Einstellung, wie Säuren, Basen oder Puffersysteme, Additive zur Stabilisierung der Dispersion, wie Salze, oberflächenaktive Stoffe, organische Lösungsmittel, Bakterizide und/oder Fungizide enthalten.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersion, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass die Pulver A und B mittels einer Dispergiervorrichtung in einer wässrigen Dispersion getrennt voneinander dispergiert werden und anschließend vereinigt werden, oder dass sie zunächst physikalisch vermischt und dann zusammen dispergiert werden, oder dass sie portionsweise in Dispergiervorrichtung gegeben und dann zusammen dispergiert werden. Gegebenenfalls kann vor der Dispergierung eine Vordispergierung erfolgen.

Zur Vordispergierung eignen sich zum Beispiel Dissolver oder Zahnradscheibe. Zur Dispergierung eignen sich Rotor-Stator-Maschinen, wie Ultra Turrax (Firma IKA), oder solche der Firma Ystral, ferner Kugelmühlen, Rührwerkskugelmühlen. Höhere Energieeinträge sind mit einem Planetenknetzer/-mixer möglich. Die Wirksamkeit dieses Systems ist jedoch mit einer ausreichend hohen Viskosität der bearbeiteten Mischung verbunden, um die benötigten hohen Scherenergien zum Zerteilen der Teilchen einzubringen.

Mit Hochdruckhomogenisatoren können wässrige Dispersionen mit mittleren Aggregatdurchmessern von kleiner als 100 nm erhalten werden. Bei diesen Vorrichtungen werden zwei unter hohem Druck stehende vordispergierte Suspensionsströme über eine Düse entspannt. Beide Dispersionsstrahlen treffen exakt aufeinander und die Teilchen mahlen sich selbst. Bei einer anderen Ausführungsform wird die Vordispersion ebenfalls unter hohem Druck gesetzt, jedoch erfolgt die

Kollision der Teilchen gegen gepanzerte Wandbereiche. Die Operation kann beliebig oft wiederholt werden um kleinere Teilchengrößen zu erhalten.

- 5 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist eine Streichfarbe, welche die erfindungsgemäße Dispersion und wenigstens ein hydrophiles Bindemittel enthält.

- 10 Als Bindemittel können Polyvinylalkohol, teilweise oder vollständig verseift, sowie kationisierter Polyvinylalkohol mit einer primären, sekundären oder tertiären Aminogruppe oder einen tertiären Ammoniumgruppe an der Hauptkette oder an der Seitenkette Verwendung finden. Ferner können Kombinationen dieser Polyvinylalkohole untereinander und Polyvinylpyrrolidone, Polyvinylacetate, silanisierte Polyvinylalkohole, Styrol-Acrylat-Latices, Styrol-Butadien-
15 Latices, Melamin-Harze, Ethylen-Vinylacetat-Copolymere, Polyurethan-Harze, synthetische Harze wie Polymethylmethacrylate, Polyesterharze (zum Beispiel ungesättigte Polyester-Harze), Polyacrylate, modifizierte Stärke, Kasein, Gelantine und/oder Cellulose-Derivate (zum Beispiel
20 Carboxymethylcellulose) eingesetzt werden. Bevorzugt kann Polyvinylalkohol oder kationisierter Polyvinylalkohol eingesetzt werden.

- 25 Weiterhin kann die Streichfarbe auch noch ein oder mehrere andere Pigmente wie Calciumcarbonate, Schichtsilikate, Aluminiumsilikate, Plastikpigmente (zum Beispiel Polystyrol, Polyethylen, Polypropylen), Kieselsäuren (zum Beispiel kolloidale Kieselsäuren, Fällungskieselsäuren, Kieselgele, kationisierte Abarten der genannten Kieselsäure-Verbindungen, Aluminium-Verbindungen (zum
30 Beispiel Aluminiumsole, kolloidale Aluminiumoxide und deren Hydroxy-Verbindungen, wie Pseudoboehmite, Boehmite, Aluminiumhydroxid), Magnesiumoxid, Zinkoxid, Zirkonoxid, Magnesiumcarbonate, Kaolin, Clay, Talkum, Calciumsulfat, Zinkcarbonat, Satinweiß, Lithopone, Zeolithe enthalten.

Die Streichfarbe kann einen Gehalt an Pulver A und Pulver B von insgesamt 10 bis 60 Gew.-% aufweisen. Bevorzugt kann er größer 15 Gew.-%, besonders bevorzugt kann er größer 25 Gew.-% sein.

- 5 Die Streichfarbe kann ferner einen Anteil an Bindemittel, bezogen auf die Summe der Pulver A und B, aufweisen, der zwischen 3 und 150 Gew.-% liegt. Bevorzugt kann er zwischen 10 und 40 Gew.-%, besonders bevorzugt kann er zwischen 3 und 15 Gew.-% liegen.

- 10 Zur Erhöhung der Wasserfestigkeit des Bindersystems und somit der Beschichtung können Vernetzer dienen wie Zirkonoxide, Borsäure, Melaminharze, Glyoxal und Isocyanate und andere Moleküle, die die Molekülketten des Bindersystems miteinander verbinden.

- 15 Des weiteren können Hilfsmittel wie optische Aufheller, Entschäumer, Netzmittel, pH-Puffer, UV- Absorber und Viskositätshilfsmittel eingesetzt werden.

- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Herstellung der Streichfarbe, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass
- 20 zu einer wässrigen Lösung des hydrophilen Bindemittels, der gegebenenfalls noch weitere Additive zugesetzt sein können, unter Rühren die erfindungsgemäße Dispersion zugegeben und gegebenenfalls verdünnt wird, bis sich das gewünschte Verhältnis von Pulver und Binder und der
- 25 gewünschte Gesamtfeststoffgehalt einstellt. Die Reihenfolge der Zugabe ist dabei nicht wesentlich. Gegebenenfalls wird für eine bestimmte Zeitdauer nachgerührt und falls erforderlich danach im Vakuum entlüftet. Unter Additiven sind zum Beispiel Pigment, Vernetzer, optische Aufheller,
- 30 Entschäumer, Netzmittel, pH-Puffer, UV- Absorber und Viskositätshilfsmittel zu verstehen.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist eine Tintenaufnahmeschicht unter Verwendung der

erfindungsgemäßen Streichfarbe und eines Trägers. Als Träger können zum Beispiel Papier, beschichtetes Papier, Harzfolien, wie ein Polyesterharz, einschliesslich Polyethylenterephthalat, Polyethylennaphthalat, ein
5 Diacetatharz, ein Triacetatharz, ein Acrylharz, ein Polycarbonatharz, ein Polyvinylchlorid, ein Polyimidharz, Celluphan, Celluloid und eine Glasplatte eingesetzt werden.

Bevorzugt sind sogenannte Fotobasispapiere, d.h. Papiere, auf denen eine/oder mehrere Lagen Polyethylenfolie auf
10 Vorder- und oder Rückseite aufgebracht worden ist. Desweiteren Polyesterfolie, PVC-Folie oder vorbeschichtete Papiere.

Das erfindungsgemäße Aufnahmemedium umfasst auch Medien, bei denen die tintenaufnehmende Schicht aus mehreren
15 Beschichtungslagen des gleichen Typs oder anderen Lagen besteht. Die erfindungsgemäße Streichfarbe kann sich nur in einer oder mehreren Schichten befinden. So können zum Beispiel noch weitere tintenabsorptive Beschichtungen wie Schichten, die Fällungskieselsäure enthalten, unter der
20 erfindungsgemäßen Streichfarbe aufgebracht werden. Es können desweiteren eine oder mehrere Polymerlagen (zum Beispiel Polyethylen) auf dem Substrat und/oder auf der erfindungsgemäßen Beschichtung aufgebracht werden, um die mechanische Stabilität und/oder den Glanz in der
25 Beschichtung zu erhöhen (zum Beispiel Fotobasispapier, Laminierung).

Die Träger können transparent oder opak sein. Die Dicke des Trägers ist nicht limitiert, bevorzugt werden Dicken zwischen 50 und 250 μm verwendet.

30 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Herstellung eines Aufnahmemediums, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass die Streichfarbe auf den Träger aufgebracht und getrocknet wird. Das Aufbringen der Streichfarbe kann mit allen üblichen Auftragsverfahren, wie Walzenauftrag,

Schaberegalisierung (Blade-coating), Luftbürste, Rakel (profiliert, glatt, Spalt), Guss-Strich-Verfahren, Filmpresse, Leimpresse, Vorhanggieß-Verfahren (curtain-coating) und Schlitzdüsen-Auftrag (zum Beispiel Gießbrakel, slot-dye) und Kombinationen hieraus aufgebracht werden. 5 Bevorzugt werden Verfahren eingesetzt, die eine sehr homogene Beschichtung ermöglichen, wie zum Beispiel Cast-coating, Vorhanggieß-Verfahren und Schlitzdüsen-Auftrag.

Das beschichtete Substrat kann mit allen üblichen Verfahren 10 wie Luft- oder Konvektionstrocknung (zum Beispiel Heißluftkanal), Kontakt- oder Konduktionstrocknung, Energiestrahlentrocknung (zum Beispiel Infrarot und Microwellen) getrocknet werden.

Es ist überraschend, dass die erfindungsgemäßen 15 Dispersionen einen hohen Füllgrad bei niedriger Viskosität und die damit hergestellten Streichfarben einen hohen Glanz aufweisen. In US 6,284,819 wird eine Streichfarbe aus einer wässrigen Dispersion erhalten, die zwei Pulverarten von Aggregaten enthält, wobei die Aggregatdurchmesser der einen 20 Pulverart mindestens 50 % kleiner sind als die der zweiten Pulverart. Bevorzugt ist, dass die Aggregatdurchmesser der zweiten Pulverart noch wesentlich kleiner sind, zum Beispiel kleiner als 20 nm. Dabei soll die Pulverart mit den größeren Aggregatdurchmessern für die Absorption von 25 Flüssigkeit verantwortlich sein, die kleineren Aggregatdurchmesser der zweiten Pulverart sollen Hohlräume ausfüllen. Insgesamt wird die Packungsdichte der Beschichtung erhöht.

Bei der erfindungsgemäßen Dispersion und Streichfarbe 30 hingegen dürfen im Gegensatz zu US 6,284,819 die Unterschiede in den Aggregatdurchmesser der einzelnen Pulverarten nicht kleiner sein als 60% der größeren Aggregate. Besonders bevorzugt ist ein gleicher Durchmesser der Aggregate.

Eine Erklärung der sehr guten Eigenschaften der erfindungsgemäßen Dispersion und Streichfarbe kann derzeit nicht gegeben werden. Eine mögliche Interpretation liefern Figur 2 und Figur 3.

- 5 Figur 2 zeigt eine Anordnung von zwei Aggregaten unterschiedlich großer Primärteilchen in einer Dispersion. Dabei weisen die Aggregate mit der niedrigeren BET-Oberfläche einen halb so großen Durchmesser auf wie die Aggregate mit der kleineren BET-Oberfläche. Figur 2
10 entspricht dem in US 6,284,819 geschilderten Sachverhalt. Figur 2 verdeutlicht den hohen Füllgrad der Dispersion, der sich jedoch negativ auf das Porenvolumen auswirkt, was schlechtere Bildeigenschaften zur Folge hat.

- 15 Figur 3 zeigt die Situation bei der erfindungsgemäßen Dispersion mit zwei Sorten von Aggregaten, wobei beide Sorten die selbe Aggregatgröße, allerdings unterschiedliche Primärteilchengrößen, haben. Hier werden große Poren bei hohem Füllgrad gebildet.

20 Beispiele

- Analytische Verfahren:** Die Viskosität der Dispersionen wird bestimmt mit einem Gerät MCR300 mit Messsystem CC27, Fa. Parr-Physica, wobei bei Scherraten zwischen 0,01 bis 100 s⁻¹ gemessen wird. Angegeben wird die Viskosität bei
25 1 s⁻¹ und 100 s⁻¹ und jeweils 23°C. Die Viskosität der Streichfarben wird mit einem Brookfield RVT Rotationsviskosimeter bei 100 s⁻¹ und bei 23 °C bestimmt.

- Das Zeta-Potential wird bestimmt mit einem Gerät des Typs DT-1200 der Fa. Dispersion Technology Inc., nach dem CVI-
30 Verfahren.

Die Aggregatgröße wird mittels dynamischer Lichtstreuung bestimmt. Verwendet wurde das Gerät Zetasizer 3000 HSA

(Malvern Instruments, UK). Angegeben wird der volumengewichtete Median-Wert der Peakanalyse.

Die mittlere Primärteilchengrößen der verwendeten Pulver sind mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)
5 bestimmt.

Pulver: Als Pulver A werden die pyrogenen Siliciumdioxidpulver OX 10 (BET-Oberfläche ca. $10 \text{ m}^2/\text{g}$) und OX 30 (BET-Oberfläche ca. $30 \text{ m}^2/\text{g}$) der Fa. Nippon Aerosil eingesetzt.

10 Als Pulver B werden die pyrogenen Oxidpulver DOX 110 (SiO_2 -Mischoxidpulver mit 0,25 Gew.-% Al), AEROSIL® 200 und AEROSIL® 300 der Firma Degussa AG eingesetzt.

Dispersionen: Die analytischen Daten der Dispersionen sind in Tabelle 2 aufgeführt.

15 Als Dispergiermedium wird für die angegebenen Beispiele vollentsalztes Wasser verwendet. Das VE-Wasser wird vorgelegt und gegebenenfalls das Additiv darin gelöst. Dann werden am Dissolver nacheinander zunächst Pulver A und dann Pulver B eingetragen. Man dispergiert anschließend 30 min
20 am Ultra-Turrax bei 7000 U/min. Nach ca. 24 h werden die Proben bezüglich Viskosität, Teilchengröße und Zetapotential charakterisiert.

Streichfarben

Rezeptur: Eine wässrige Polyvinylalkohol-Lösung (PVA Mowiol
25 40-88, Fa. Clariant) mit 12,33 % Feststoffgehalt wird in einem Becherglas vorgelegt und mit der Menge Wasser versetzt, so daß nach Zugabe der Dispersion D2, eine Streichfarbe mit dem gewünschten Feststoffgehalt erhalten wird. Dabei wird zu der mit Wasser versetzten
30 Polyvinylalkohol-Lösung die jeweilige Dispersion unter

Rühren mit einer Dissolverscheibe bei 500 Umdrehungen pro Minute (UPM) hinzugefügt. Nach Beendigung der Zugabe lässt man noch 30 Minuten bei 500 Umdrehungen pro Minute nachrühren. Danach werden die Streichfarben mit Hilfe eines
5 Exsikkators und einer Wasserstrahlpumpe entlüftet.

Die Streichfarbe S2-A enthält 18 Gew.-% der Dispersion D2, bezogen auf den Feststoff in der Dispersion, und 22 Teile PVA Mowiol 40-88.

10 Die Streichfarbe S2-B enthält 20 Gew.-% der Dispersion D2, bezogen auf den Feststoff in der Dispersion, und 6 Teile PVA Mowiol 40-88.

Der Index A bezieht sich auf sich auf die später beschriebene Beschichtung von Folien, der Index B auf die Beschichtung von Papier.

15 Analog werden aus der Dispersion D0_2 nach dem Stand der Technik die Streichfarben S0_2- und S0_2-B hergestellt.

Zusammensetzung, Viskositäten und pH-Werte der Streichfarben sind in Tab. 3 wiedergegeben.

20 **Tintenaufnehmende Medien**

Die Streichfarbe S2-A wird mit Hilfe von Naßfilmspiralkeln auf eine 100 Micrometer dicke, unbehandelte Polyesterfolie (Firma Benn) appliziert. Die Trocknung erfolgt mit einem Haarfön. Das erhaltene
25 Auftragsgewicht beträgt 25 g/m².

Die beschichteten Folien werden mit einem Epson Stylus Color 980 mit den Einstellungen Photo Quality Glossy Film, 1440 dp, Kalibrierung Epson, Gamma (D): 1,8 mit einer internen Testbild bedruckt.

Die Streichfarbe S2-B wird mit Hilfe von Naßfilmspiralkeln auf ein mattes Inkjet-Papier (Fa. Zweckform, No. 2576) appliziert. Die Trocknung erfolgt mit einem Haarfön. Anschließend wird das beschichtete Papier bei 10 bar Druck und 50 °C mit Hilfe eines Laborkalanders satiniert. Das erhaltene Auftragsgewicht der Streichfarben S2-B beträgt 13 g/m².

Die beschichteten Papiere werden mit einem Epson Stylus Color 980 mit den Einstellungen Premium Glossy Photo Paper, 1440 dpi, bidirektional, Kalibrierung Epson, Gamma (D): 1,8 mit einer internen Testbild bedruckt.

Der visuelle Glanz-, Haftungs- und Testbildeindruck der hergestellten tintenaufnehmenden Medien sind in Tab. 4 wiedergegeben. Die erfindungsgemäßen Medien M2-A und M2-B weisen für Glanz, Haftung, Testausdruck gute Werte auf. Die aus den Dispersionen D0_2 hergestellten tintenaufnehmenden Medien M0_2-A und M0_2-B weisen für Glanz, Haftung und Testausdruck gute bis befriedigende Werte auf. Beim Trocknungsverhalten der Streichfarben zeigen sich die erfindungsgemäßen Medien M2-A und M2-B gegenüber den Medien M0_2-A und M0_2-B nach dem Stand der Technik deutlich überlegen.

Tabelle 1: Ansatzgrößen zur Herstellung der Dispersionen

Bei- spiel	VE- Wasser	Pulver A		Pulver B		Additiv (#)	Fest- stoff Gew.-%
		Art	Menge g	Art	Menge g		
D0_1	1350	OX30	150			0	15
D0_2	1350			AE200	150	0	15
D1		OX30	150	AE200	225	0	25
D2	1010	OX30	150	AE200	300	40,3	30
D3	1012	OX10	150	AE200	300	38,4	30
D4	730	OX10	150	DOX110	600	20,3	50
D5	1067	OX30	75	AE300	300	57,6	25

(#) Additiv: Polyquat 40U05NV der Fa. Katpol, Bitterfeld

Tabelle 2: Physikalisch-Chemische-Werte der Dispersionen

5

Bei- spiel	mittl. Aggregat- größe D_{50}	mittl. BET-Ober- fläche	Viskosi- tät	Viskosi- tät	pH	Zeta- poten- tial
	nm	m^2/g	$1/s^{-1}$	$100/s^{-1}$		mV
D0_1	50	30	n.b.	n.b.	4,8	n.b.
D0_2	245	200	n.b.	n.b.	4,3	n.b.
D1	298	132	2450	878	4,4	-3,5
D2	173	143	340	120	2,9	+36
D3	165	137	235	87	2,9	+37.5
D4	98	54	385	277	2,8	+34.2
D5	168	246	412	257	2,8	+38.2

n.b. nicht bestimmt

Tabelle 3: Ansatzgrößen und physikalisch-chemische Werte der Streichfarben

Streich- farbe	Anteil PVA ⁽¹⁾	Feststoff- gehalt	pH-Wert	Viskosi- tät ⁽²⁾
	Gew.-%	Gew.-%		mPas
S0_2-A	36	13	4,7	724
S0_2-B	14	14	4,6	640
S2-A	22	18	3,4	554
S2-B	6	20	3,2	618

(1) Bezogen auf je 100 Teile Feststoff in der Dispersion

(2) Viskosität nach Brookfield bei 100 UPM in mPas

5

Tab. 4: Visueller Glanz-, Haftungs- und Testbildeindruck ⁽¹⁾ der tintenaufnehmenden Medien.

Tinten- aufnehmendes Medium	Glanz	Haftung Streich- farbe	Test- ausdruck	Trocknungs- verhalten Streichfarbe
M0_2-A	+	0	+ / 0	-
M0_2-B	+ / 0	+ / 0	+ / 0	-
M2-A	+	+	+	+ / 0
M2-B	+ / 0	+	+	+

(1) jeweiliger Testeindruck von 3 unabhängigen Personen bewertet: ++: sehr gut, +: gut, +/0: gut bis befriedigend, 0: befriedigend; -: mangelhaft

10

Patentansprüche:

1. Stabile, wässrige Dispersion enthaltend Pulver A und B,

- wobei das Pulver A ein amorphes Siliciumdioxidpulver mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 0,05 bis 0,7 μm , einer BET-Oberfläche von 5 bis 50 m^2/g ist, und

- wobei das Pulver B ein Metalloxid- oder Metalloidoxidpulver, welches aus Aggregaten von verwachsenen Primärpartikeln besteht, eine Primärpartikelgröße von 5 bis 50 nm, eine BET-Oberfläche von 50 bis 400 m^2/g aufweist, und

- wobei die Pulver A und B bei gegebenem pH-Wert der Dispersion das gleiche Vorzeichen der Oberflächenladung aufweisen, und wobei die Pulver A und B ein Zeta-Potential haben, das eine elektrostatische Abstoßung der Teilchen bewirkt, welche größer ist als die van-der-Waals Anziehung der Pulver, und wobei sich in der Dispersion der mittlere Partikeldurchmesser des Pulvers der Gruppe A 60 bis 166 % der Aggregate des Pulvers der Gruppe B beträgt und

- wobei der Anteil des Pulvers A, bezogen auf die Summe von Pulver A und B, wenigstens 5 Gew.-% beträgt.

2. Dispersion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Gehalt der Pulver A und B in der Dispersion zwischen 20 und 80 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge der Dispersion, beträgt.

3. Dispersion nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass deren Viskosität einen Wert von 1500 mPas bei einer Schergeschwindigkeit von 12 s^{-1} und einer Temperatur von 23°C nicht überschreitet.

4. Dispersion nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass Pulver A ein pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid ist.

5. Dispersion nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet dass
Pulver A eine BET-Oberfläche von 5 bis 30 m²/g und einen
Dispersionskoeffizienten Z von weniger als 40 aufweist,
wobei $Z = Y/2X$, mit X = Medianwert der
5 Partikelgrößenverteilung, Y = Spanne der
Partikelgrößenverteilung, bezogen auf 10 bis 90 % der
kumulativen Partikelgröße ist.
6. Dispersion nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch
gekennzeichnet, dass die mittlere Aggregatgröße des
10 Pulvers B 50 bis 500 nm ist.
7. Dispersion nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet,
dass Pulver B ein pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid
ist.
8. Dispersion nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet,
15 dass das Pulver B ein pyrogen hergestelltes Mischoxid
ist.
9. Dispersion nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet,
dass das Mischoxid ein Silicium-Aluminium-Mischoxid
ist.
- 20 10. Dispersion nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch
gekennzeichnet, dass die Pulver A und B in
kationisierter Form eingesetzt werden.
11. Dispersion nach den Ansprüchen 1 bis 10, dadurch
gekennzeichnet, dass sie Substanzen zur pH-Wert-
25 Einstellung, wie Säuren, Basen oder Puffersysteme,
Additive zur Stabilisierung der Dispersion, wie Salze,
oberflächenaktive Stoffe, organische Lösungsmittel,
Bakterizide und/oder Fungizide enthält.
12. Verfahren zur Herstellung der Dispersion nach den
30 Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die
Pulver A und B mittels einer Dispergiervorrichtung in
einer wässrigen Dispersion getrennt voneinander

dispergiert werden und anschließend vereinigt werden,
oder dass sie zunächst physikalisch vermischt und dann
zusammen dispergiert werden, oder dass sie
portionsweise in die Dispergiervorrichtung gegeben und
5 dann zusammen dispergiert werden.

13. Streichfarbe zur Bildung einer Tintenaufnahmeschicht
unter Verwendung der Dispersion gemäß der Ansprüche 1
bis 11 und zumindest einem hydrophilen Bindemittel.

10 14. Streichfarbe nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet,
dass der Gehalt an Pulver zwischen 10 und 60 Gew.-%
liegt, bevorzugt größer 15 Gew.-%, besonders bevorzugt
größer 25 Gew.-% ist.

15 15. Streichfarbe nach den Ansprüchen 13 oder 14, dadurch
gekennzeichnet, dass der Anteil an Bindemittel bezogen
auf die Pulver, zwischen 3 und 150 Gew.-%, bevorzugt
zwischen 10 und 40 Gew.-%, besonders bevorzugt zwischen
3 und 15 Gew.-% liegt.

20 16. Verfahren zur Herstellung der Streichfarbe gemäß den
Ansprüchen 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass zu
einer wässrigen Lösung des hydrophilen Bindemittels,
der gegebenenfalls noch weitere Additive zugesetzt
sein können, unter Rühren die erfindungsgemäße
Dispersion zugibt und gegebenenfalls verdünnt, bis sich
das gewünschte Verhältnis von Pulver und Binder und der
25 gewünschte Gesamtfeststoffgehalt einstellt.

17. Aufnahmemedium unter Verwendung der Streichfarbe gemäß
den Ansprüchen 13 bis 15 und eines Trägers.

30 18. Verfahren zur Herstellung des Aufnahmemediums nach
Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass die
Streichfarbe auf den Träger aufgebracht und getrocknet
wird.

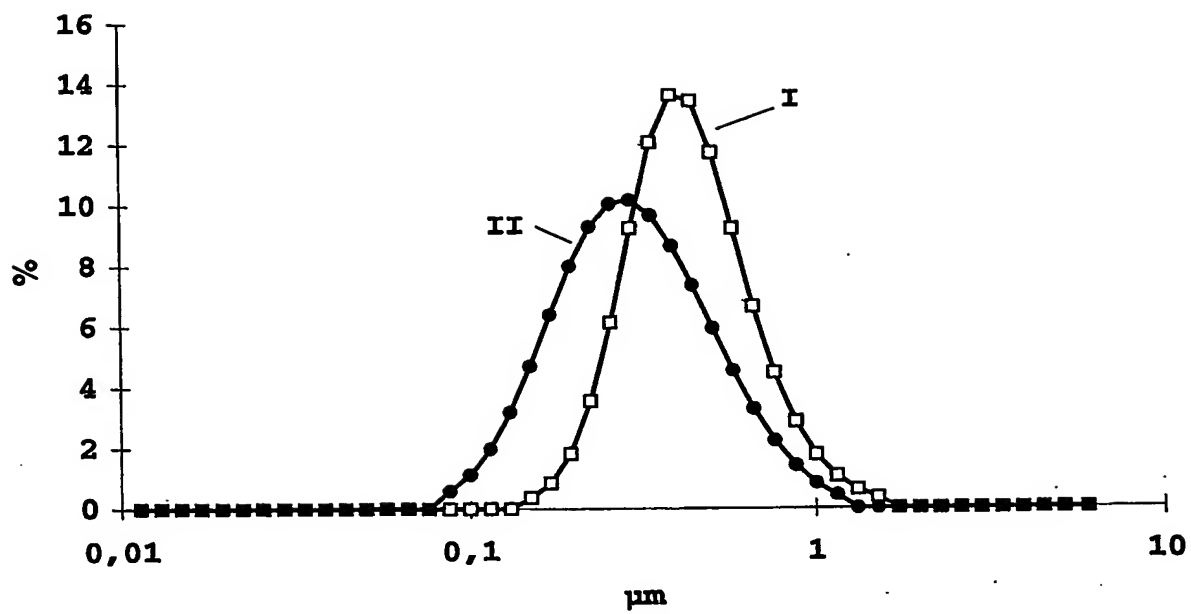
Zusammenfassung

Dispersion, Streichfarbe und Aufnahmemedium

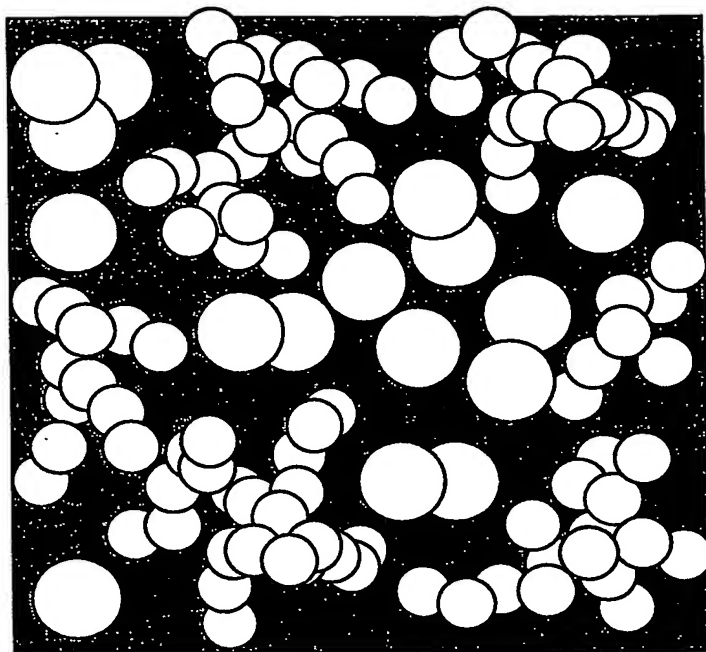
Stabile, wässrige Dispersion enthaltend Pulver A und B,

- 5 - wobei das Pulver A ein amorphes Siliciumdioxidpulver mit einem mittleren Partikeldurchmesser von 0,05 bis 0,7 μm , einer BET-Oberfläche von 5 bis 50 m^2/g ist, und
- 10 - wobei das Pulver B ein Metalloxid- oder Metalloidoxidpulver ist, welches aus Aggregaten von verwachsenen Primärpartikeln besteht, eine Primärpartikelgröße von 5 bis 50 nm, eine BET-Oberfläche von 50 bis 400 m^2/g aufweist.

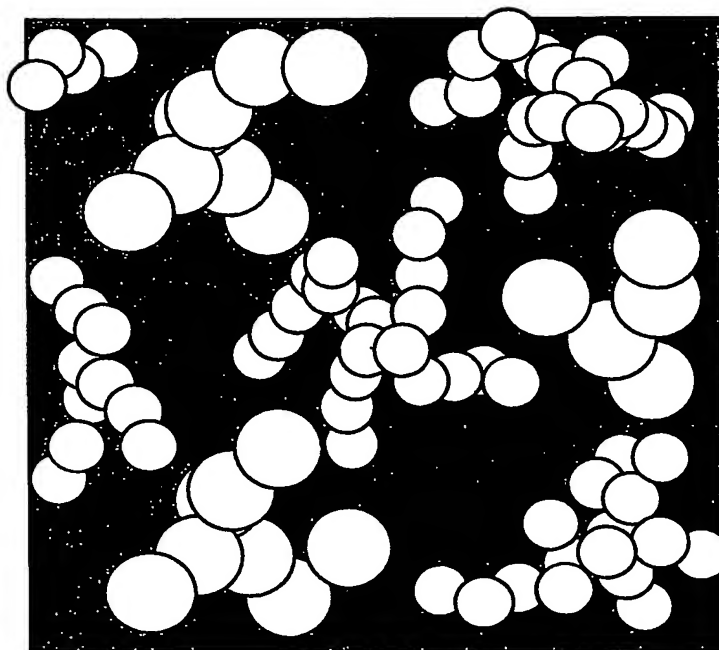
15 Streichfarbe zur Bildung einer Tintenaufnahmeschicht unter Verwendung der Dispersion und zumindest einem hydrophilen Bindemittel. Aufnahmemedium unter Verwendung der Streichfarbe und eines Trägers.



Figur 1



Figur 2



Figur 3

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.